

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN(11)Publication number : **2003-192357**(43)Date of publication of application : **09.07.2003**

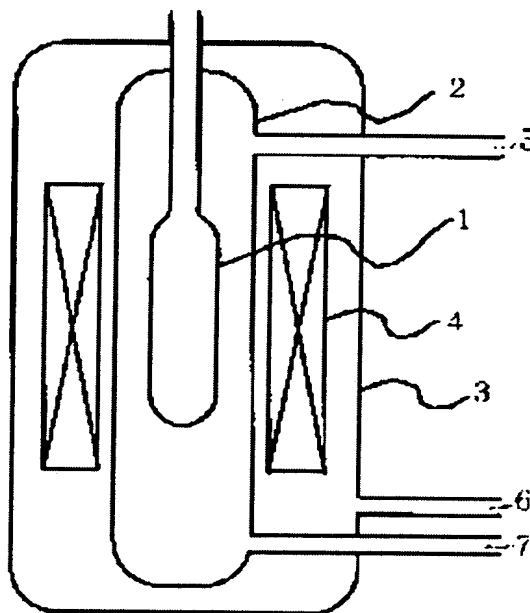
(51)Int.Cl.

C03B 8/04
C03B 37/014(21)Application number : **2001-390910**(71)Applicant : **SHIN ETSU CHEM CO LTD**(22)Date of filing : **25.12.2001**(72)Inventor : **OTSUSAKA TETSUYA
SHIMADA TADAKATSU****(54) METHOD AND APPARATUS FOR HEAT TREATMENT FOR BASE MATERIAL OF POROUS GLASS**

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method of heat treatment for a base material of porous glass which adsorbs corrosive gas during manufacturing and where a heating device and its periphery parts are prevented from being corroded and further the base material of the porous glass is prevented from being contaminated by a corroded metal when heat treated in a furnace core tube having gas permeability, and to provide an apparatus for the heat treatment.

SOLUTION: In the method of the heat treatment for the base material of the porous glass the heating device 4 is provided around the outside of the furnace core tube 2 of a reaction vessel 3, wherein the furnace core tube 2 is formed with a material having gas permeability between the reaction vessel 3 and the furnace core tube 2, an inert gas is fed, a part of or all of the fed inert gas is exhausted to outside of the system through the furnace core tube 2, therefore the pressure in the furnace core tube is set lower than that of the outside of the core tube.

**LEGAL STATUS**

[Date of request for examination]

21.01.2004

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of

rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開 2003-192357

(P 2003-192357 A)

(43) 公開日 平成15年7月9日 (2003. 7. 9)

(51) Int. Cl. ⁷	識別記号	F I	テームト* (参考)
C 0 3 B	8/04	C 0 3 B	L 4G014
			P 4G021
			Q
37/014		37/014	Z

審査請求 未請求 請求項の数 9

O L

(全 4 頁)

(21) 出願番号 特願2001-390910 (P2001-390910)

(22) 出願日 平成13年12月25日 (2001. 12. 25)

(71) 出願人 000002060

信越化学工業株式会社

東京都千代田区大手町二丁目6番1号

(72) 発明者 乙坂 哲也

群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越化学
工業株式会社精密機能材料研究所内

(72) 発明者 島田 忠克

群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越化学
工業株式会社精密機能材料研究所内

(74) 代理人 100093735

弁理士 荒井 鐘司 (外2名)

F ターム (参考) 4G014 AH19 AH21

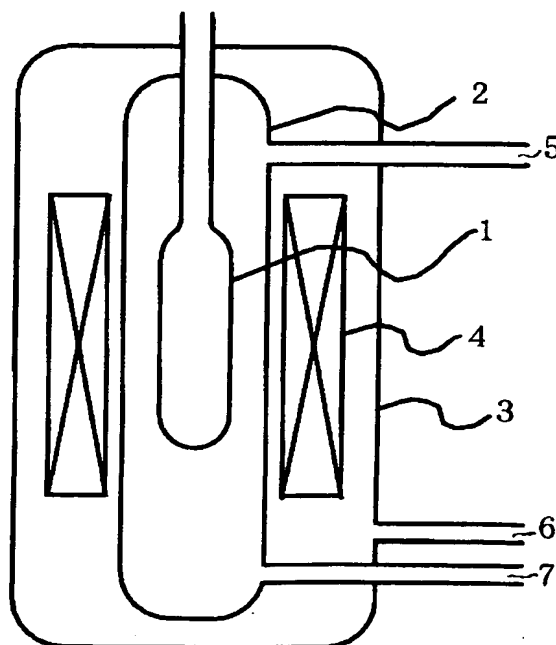
4G021 CA13

(54) 【発明の名称】 多孔質ガラス母材の熱処理方法及び装置

(57) 【要約】

【課題】 製造過程において腐食性ガスを吸着している多孔質ガラス母材を、ガス透過性を有する炉芯管内で熱処理する場合に生じる、加熱装置およびその周辺部品の腐食を防ぎ、さらに、被腐食金属による多孔質ガラス母材の汚染を防止する多孔質ガラス母材の熱処理方法及び装置を提供する。

【解決手段】 反応容器 3 内に、炉芯管 2 と該炉芯管 2 の外側に加熱装置 4 を配置して行う多孔質ガラス母材 1 の熱処理方法であって、該炉芯管 2 をガス透過性を有する材料で形成し、該反応容器 3 と炉芯管 2 の間に不活性ガスを供給し、該不活性ガスの一部又は全部を炉芯管 2 を透過させて系外へ排出し、炉芯管内の圧力を炉芯管外の圧力より低くすることを特徴としている。



【特許請求の範囲】

【請求項 1】 反応容器内に、炉芯管と該炉芯管の外側に加熱装置を配置して行う多孔質ガラス母材の熱処理方法であって、該炉芯管をガス透過性を有する材料で形成し、該反応容器と炉芯管の間に不活性ガスを供給し、該不活性ガスの一部又は全部を炉芯管を透過させて系外へ排出し、炉芯管内の圧力を炉芯管外の圧力より低くすることを特徴とする多孔質ガラス母材の熱処理方法。

【請求項 2】 熱処理が、多孔質ガラス母材の透明ガラス化処理である請求項 1 に記載の多孔質ガラス母材の熱処理方法。

【請求項 3】 不活性ガスが H₂ である請求項 1 又は 2 に記載の多孔質ガラス母材の熱処理方法。

【請求項 4】 炉芯管内を、減圧あるいは真空雰囲気とする請求項 1 乃至 3 のいずれかに記載の多孔質ガラス母材の熱処理方法。

【請求項 5】 反応容器内に、炉芯管と該炉芯管の外側に加熱装置が配置された多孔質ガラス母材の熱処理装置であって、該炉芯管がガス透過性を有する材料で形成され、炉芯管と反応容器の間に不活性ガスを供給する不活性ガス供給ポート及び炉芯管内のガスを系外に排出する排気ポートを有し、炉芯管内の圧力を該炉芯管外の圧力より低くできるように構成されてなることを特徴とする多孔質ガラス母材の熱処理装置。

【請求項 6】 炉芯管がカーボン製である請求項 5 に記載の多孔質ガラス母材の熱処理装置。

【請求項 7】 加熱装置の加熱源がカーボン製である請求項 5 に記載の多孔質ガラス母材の熱処理装置。

【請求項 8】 反応容器と加熱装置の間に充填される断熱材がカーボン製である請求項 5 に記載の多孔質ガラス母材の熱処理装置。

【請求項 9】 カーボンの灰分含有量が 20 ppm 以下である請求項 6 乃至 8 のいずれかに記載の多孔質ガラス母材の熱処理装置。

【発明の詳細な説明】**【0001】**

【発明の属する技術分野】 本発明は、ガラス微粒子を堆積して形成した多孔質ガラス母材を縦型焼結炉の内部に吊り下げて加熱し、焼結して透明ガラス化する多孔質ガラス母材の熱処理方法及び装置に関する。

【0002】

【従来の技術】 高純度石英ガラスや、光ファイバ用ガラス母材を製造する方法には、ガラス微粒子合成用バーナーを用いて、火炎加水分解反応で生成するガラス微粒子を回転するターゲット棒に堆積させて多孔質ガラス母材を合成し、これを約 1500℃ で透明ガラス化する方法があり、これにはターゲットの先端に軸方向に堆積させる VAD 法や、ターゲットの外表面に径方向に堆積させる OVD 法などがある。

【0003】 このガラス微粒子合成用バーナーには、H

₂等の可燃性ガス、O₂等の助燃性ガス、さらにガラス微粒子の原料となる SiCl₄等の珪素含有化合物が供給され、火炎中で原料が加水分解されてガラス微粒子 SiO₂が合成される。この反応は塩化水素ガス HCl の発生を伴い、発生した塩化水素ガスの一部は多孔質ガラス母材に吸着される。

【0004】 このようにして製造された多孔質ガラス母材を加熱炉中で、約 1500℃ で熱処理することで透明ガラス化することができる。また、ガラス中の水酸基を除去するために、透明ガラス化に先立って塩素ガス含有雰囲気中で 900～1200℃ で脱水処理を行うこともある。これらの熱処理では、加熱炉と多孔質ガラス母材を仕切るために炉芯管を使用し、この炉芯管内に多孔質ガラス母材を納めている。この透明ガラス化処理を減圧あるいは真空中で行うことで、ガラス化処理時間を短縮することができ、さらに熱処理後のガラス母材中に残存する泡を少なくすることができる（特許第 2559395 号参照）。

【0005】 常圧で熱処理する場合、加熱装置を多孔質ガラス母材の全長にわたって配置するような場合には、その形状安定性の面からカーボンが用いられる。減圧あるいは真空中で熱処理を行う場合、炉芯管に用いる素材には、耐熱性、耐酸性などの特性からカーボンが用いられることが多い。カーボンはガス透過性を有するため、多孔質ガラス母材に吸着されている腐食性の塩化水素ガスが加熱によって遊離し、炉芯管を透過して加熱装置の周辺部品や反応容器を腐食するという問題があった。これらの腐食は装置の寿命を短くするばかりでなく、揮発性の金属塩化物を生じ、これが多孔質ガラス母材内に取り込まれることで、製品の純度を下げることがある。光ファイバ用多孔質ガラス母材にとっては、これらの不純物は、最終的に製造される光ファイバの伝送損失を増加させることになるため好ましくない。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】 そこで、本発明は、製造過程において腐食性ガスを吸着している多孔質ガラス母材を、ガス透過性を有する炉芯管内で熱処理する場合に生じる、加熱装置およびその周辺部品の腐食を防ぎ、さらに、被腐食金属による多孔質ガラス母材の汚染を防止する多孔質ガラス母材の熱処理方法及び装置を提供することを課題としている。

【0007】

【課題を解決するための手段】 本発明の多孔質ガラス母材の熱処理方法は、反応容器内に、炉芯管と該炉芯管の外側に加熱装置を配置して行う多孔質ガラス母材の熱処理方法であって、該炉芯管をガス透過性を有する材料で形成し、該反応容器と炉芯管の間に不活性ガスを供給し、該不活性ガスの一部又は全部を炉芯管を透過させて系外へ排出し、炉芯管内の圧力を炉芯管外の圧力より低くすることを特徴としている。この熱処理方法は、多孔

質ガラス母材の透明ガラス化処理に好適である。なお、不活性ガスにはHeを使用するのが好ましい。Heが多孔質ガラス母材中に残留していても、ガラス化時に泡となって残らないことが一般に知られているからである。また、炉芯管内を減圧あるいは真空雰囲気とするのがよい。これはさらに泡が減るためである。

【0008】本発明の多孔質ガラス母材の熱処理装置は、反応容器内に、炉芯管と該炉芯管の外側に加熱装置が配置された多孔質ガラス母材の熱処理装置であって、該炉芯管がガス透過性を有する材料で形成され、炉芯管と反応容器の間に不活性ガスを供給する不活性ガス供給ポート及び炉芯管内のガスを系外に排出する排気ポートを有し、炉芯管内の圧力を該炉芯管外の圧力より低くできるように構成されてなることを特徴としている。また、炉芯管や加熱装置の加熱源、あるいは反応容器と加熱装置の間に充填する断熱材にはカーボンを使用し、特に、灰分含有量20ppm以下のカーボンを使用するのが好ましい。

【0009】

【発明の実施の形態】以下、図を用いて本発明をさらに詳細に説明する。図1において、多孔質ガラス母材1は、ガス透過性を有する材料で形成された炉芯管2内に吊り下げられ、該炉芯管2の外側には加熱装置4が配設され、ともに反応容器3の内部に収容されている。図示していないが、反応容器3と加熱装置4の間には断熱材が配置されている。炉芯管2の上部には、炉芯管内のガスを系外に排出する排気ポート5が取り付けられている。反応容器3には、不活性ガス供給ポート6が取り付けられ、反応容器3と炉芯管2の間に不活性ガスを供給することができるように配設されている。また、多孔質ガラス母材1を常圧または減圧雰囲気中で熱処理できるように、炉芯管2にガス供給ポート7が取り付けられる。

【0010】多孔質ガラス母材は、その堆積中、原料の加水分解反応で副生する塩化水素ガスなどの腐食性ガスを多量に吸着している。このような多孔質ガラス母材が、脱水工程や透明ガラス化工程において加熱されると、該母材に吸着されている腐食性の塩化水素ガスが遊離するが、本発明の熱処理方法においては、反応容器と炉芯管の間に不活性ガスを流し、炉芯管外の圧力を炉芯管内の圧力より高くする、換言すると、炉芯管内の圧力を炉芯管外の圧力より低くすることで、遊離した腐食性ガスが炉芯管を透過して加熱装置側に漏れ出すのを防止することができる。また、反応容器と炉芯管の間に供給された不活性ガスの一部または全部を炉芯管を透過させて炉芯管内から系外に排出することで、加熱炉周辺部品や反応容器は腐食されずに寿命を長くすることができる。さらに、これらが腐食された場合に生じる揮発性の金属塩化物を生じないために、得られる母材インゴットの純度を高めることができる。

【0011】この方法は、炉芯管内を減圧もしくは真空

雰囲気として用いる場合に特に有効である。なお、常圧雰囲気中で熱処理する場合には、炉芯管の素材としてガス透過性が十分に小さい石英ガラスを用いることができる。また、熱処理の目的が透明ガラス化である場合には、不活性ガスとしてHeを用いるとガラス中の気泡の残存が少なく、良好である。

【0012】反応容器内に設置される加熱装置や炉芯管、断熱材には、耐熱性、耐酸性に優れたカーボン部材を使用すると良い。しかしながら、これらのカーボン部材に不純物が多く含まれている場合には、加熱時に、不純物が揮発して多孔質ガラス母材内部に取り込まれ、得られる母材インゴットの純度を下げ、特性に悪影響を与えるため、これらの部材には灰分含有量20ppm以下の高純度品を使用することが好ましい。

【0013】

【実施例】【実施例1】図1に示した熱処理装置を使用し、炉芯管2の上部に取り付けられた排気ポート5から真空排気しながら不活性ガス供給ポート6よりHeガスを反応容器3と炉芯管2の間に導入し、炉芯管2内に吊り下げられた光ファイバ用多孔質ガラス母材1を約1500℃で4時間加熱し、透明ガラス化を行った。このときの炉芯管2の内外圧差は約20Paであった。このような条件下で、20ロット（本）の光ファイバ用多孔質ガラス母材の透明ガラス化処理を行った。このようにして得られた20ロットの母材インゴットを線引きして光ファイバとし、波長1550nmにおける伝送損失を測定し、図2の曲線Aで示した。曲線Aは、伝送損失のロット間の経時変化を示しており、終始、十分低い値で安定していた。一連の実験（20ロット）後、反応容器内の金属部分の腐蝕状態を検査したが、実験開始前と比較して、何等変化していなかった。

【0014】【比較例1】図1に示した熱処理装置を使用し、排気ポート5より真空排気し、不活性ガス供給ポート6からはHeガスを導入せずに、光ファイバ用多孔質ガラス母材1を約1500℃で4時間加熱して透明ガラス化を行った。このときの炉芯管2の内外圧差はほぼ0Paであった。このような条件下で、20ロットの光ファイバ用多孔質ガラス母材の透明ガラス化処理を行った。このようにして得られた20ロットの母材インゴットを線引きして光ファイバとし、波長1550nmにおける伝送損失を測定し、図2の曲線Bで示した。伝送損失は実施例1に比べて高く、ロットを追うごとに増加する傾向が見られた。一連の実験（20ロット）後、反応容器内の金属部分を検査したところ、褐色〜緑色の腐食物が金属表面に析出していた。

【0015】

【発明の効果】本発明は、主に火災加水分解反応によって製造した、腐食性ガスを吸着している多孔質ガラス母材を、ガス透過性を有する炉芯管内に配置し、炉芯管内の圧力を炉芯管外の圧力より低くすることで、炉芯管外

に配置された加熱装置や電極等の周辺部品、反応容器等の腐蝕は防止され、これらの寿命を長くすることができ、製造される母材インゴットの純度を高めることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明の光ファイバ用多孔質ガラス母材の熱処理に使用される熱処理装置の一例を示す概略断面図である。

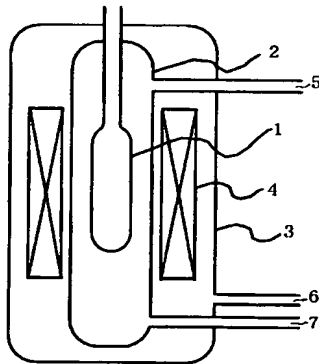
【図2】 本発明の実施例と比較例で作製した光ファイバ用母材インゴットを、それぞれ線引きして得た光ファ 10

イバの伝送損失特性を比較するグラフである。

【符号の説明】

1. 多孔質ガラス母材、
2. 炉芯管、
3. 反応容器、
4. 加熱装置、
5. 排気ポート、
6. 不活性ガス供給ポート、
7. ガス供給ポート。

【図1】



【図2】

